

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 実用新案公報 (Y 2)

(11) 実用新案出願公告番号

実公平8-10797

(24) (44) 公告日 平成 8 年 (1996) 3 月 29 日

(51) Int. Cl. °

識別記号

F I

G01N 35/10

30/24

E

G01N 35/06

A

請求項の数 1 (金 4 頁)

(21) 出願番号 実願平2-78908
(22) 出願日 平成 2 年 (1990) 7 月 25 日
(65) 公開番号 実開平4-36460
(43) 公開日 平成 4 年 (1992) 3 月 26 日

(71) 出願人 999999999
株式会社島津製作所
京都府京都市中京区西ノ京桑原町 1 番地
(72) 考案者 上田 雅人
京都府京都市中京区西ノ京桑原町 1 番地
株式会社島津製作所三条工場内
(72) 考案者 三好 聡
京都府京都市中京区西ノ京桑原町 1 番地
株式会社島津製作所三条工場内
(74) 代理人 弁理士 河▲崎▼ 眞樹

審査官 河原 英雄

(56) 参考文献 特開平 2 - 40561 (J P, A)
実開平 1 - 146161 (J P, U)
実開平 2 - 85361 (J P, U)

(54) 【考案の名称】 ソルベントフラッシュオートサンプラ

1

【実用新案登録請求の範囲】

【請求項 1】 マイクロシリンジを備えたオートインジェクタと、試料バイアルと複数の溶媒用バイアルとを設置可能で駆動源により前記マイクロシリンジの針先へ各バイアルを移動可能としたターレットと、多数の試料バイアルを並べるラックと該ラックの試料バイアルをピックアップするサンプル搬送用爪を備え採取順に試料用バイアル及び溶媒バイアルをターレットに並べる動作を行うロボットアームとより成るオートサンプラと、溶媒の性質に応じて溶媒と試料とを連続的に或いは空気を介して吸入するマイクロシリンジ駆動機構と、を備えたことを特徴とするソルベントフラッシュオートサンプラ

【考案の詳細な説明】

【産業上の利用分野】

この考案は、ガスクロマトグラフ及び液体クロマトグ

2

ラフ等に試料を自動的に注入するオートサンプラに関する。

【従来技術】

バイアル瓶に入れた試料をマイクロシリンジで吸い上げガスクロマトグラフの試料導入部へ注入するときの試料注入法としては、単に試料のみを注入する方法と、先にシリンジに所定の溶媒を少し吸い上げて間に空気を入れその後一定の試料を吸入してガスクロマトグラフに注入するソルベントフラッシュ法とがある。

従来から自動的に試料を導入する場合、自動試料注入装置の下部に数本の試料バイアルをセットしたターレットを往復或いは回転移動させ該自動試料注入装置に取付けられたシリンジ保持部を上下させて試料を吸引し、導入した後シリンジを洗浄するという方式が採られている。

〔考案が解決しようとする課題〕

上記するような試料のみを吸い上げ試料導入後シリンジを洗浄する方式ではどうしてもディスクリミネーション或いはコンタミネーションを避けることは出来ない。また上記する溶剤フラッシュ方式ではディスクリミネーション或いはコンタミネーションを避けることは出来るが溶媒として内標又はリテンションインデックス用パラフィンを使用した場合、マイクロシリンジのニードル内にその溶媒が残留しそれ自体のディスクリミネーション或いはコンタミネーションが生じる恐れがあった。この考案はかかる課題を解決するためになされたものである。

〔課題を解決するための手段〕

即ち、上記する課題を解決する手段としてこの考案の溶剤フラッシュオートサンブラは、マイクロシリンジを備えたオートインジェクタと、試料バイアルと複数の溶媒用バイアルとを配置可能で駆動源により前期マイクロシリンジの針先へ各バイアルを移動可能としたターレットと、多数の試料バイアルを並べるラックと該ラックの試料バイアルをピックアップするサンプル搬送用爪を備え採取順に試料用バイアル及び溶媒バイアルをターレットに並べる動作を行うロボットアームとより成るオートサンブラと、溶媒の性質に応じて溶媒と試料とを連続的に或いは空気を介して吸入するマイクロシリンジ駆動機構と、を備えたことを特徴とする。

〔作用〕

上記手段とすれば、マイクロシリンジに、通常の試料のみを吸入してガスクロマトグラフや液体クロマトグラフへ注入する方法も、溶媒、空気、試料の順に吸入しガスクロマトグラフへ注入する通常の溶剤フラッシュモードによる従来の方法も可能となる。

更に、マイクロシリンジに、溶媒と試料の順に吸入し、ガスクロマトグラフへ注入する溶剤フラッシュモードによる方法も可能となる。通常、溶剤フラッシュモードは溶媒と試料との間に空気を入れて分けるのが普通であるが、溶媒の粘性が高い場合高温状態となると空気が膨張し旨く試料を吸入出来ないことが多い。しかしこの方法によればそのようなことがなく且つディスクリミネーション等も防止することが出来る。

或いは上記手段によれば、マイクロシリンジには溶媒、空気、別の溶媒、空気、試料の順に吸入し、ガスクロマトグラフへ注入する溶剤フラッシュモードによる方法も可能となる。別の溶媒としては内標或いはリテンションインデックス用パラフィンを入れ、きれいな先の溶媒ですべてを注入してしまうと内標等の溶媒によるディスクリミネーションやコンタミネーションも防止することが可能となる。また、ターレットには多くのバイアルを並べ自動的な繰り返し洗浄や、試料の吸入・注入を行うようにすることも出来る。

〔実施例〕

以下、この考案の具体的実施例について図面を参照して説明する。

第1図はこの考案の溶剤フラッシュオートサンブラを構成するオートインジェクタ1とターレット2とマイクロシリンジ3及びオートサンブラ4の斜視図である。第2図は前記マイクロシリンジ3の駆動機構を示す図である。即ち、前記オートインジェクタ1にはマイクロシリンジ3の駆動機構が設けられているが、該駆動機構はモータ5のブリー51と固定部に取付けられたブリー52に巻装されたベルト6に保持具7を固定した構成としてある。そして該保持具7にマイクロシリンジ3のプランジャ31を固定し、該プランジャ31をステップモータ5で駆動することにより試料の吸入及び注入を行うようになっている。

また、前記ターレット2には試料バイアルAと溶媒B、溶媒C等が並べて置かれ、駆動源（図示せず）により矢印の如く往復移動させ前記マイクロシリンジ3の針先へ各バイアルを運ぶようにしてある。

前記オートサンブラ4は、第1図に示すように、多数の試料バイアルを並べるラック41と、ロボットアーム42とより構成され、該ロボットアーム42に装着されたサンプル搬送用爪43により試料バイアルをピックアップして前記ターレット2へ移送したり戻したりすることが出来る（第3図）。上記したように、前記マイクロシリンジ3はモータ5を駆動することにより試料を吸引しガスクロマトグラフ或いは液体クロマトグラフ（図示せず）へ注入するが、その注入後前記ターレット2に置かれた洗浄バイアルの洗浄液でマイクロシリンジ3のニードルを洗浄し、更に各内標用溶媒或いは試料を吸入する。

この考案の溶剤フラッシュオートサンブラは以上のように構成されているが、次にその具体的動作について説明する。

第4図（a）乃至（d）はガスクロマトグラフ（又は液体クロマトグラフ）へ注入する前のマイクロシリンジ3による試料や溶媒の吸入方法についての説明図である。即ち、前記モータ5を駆動することにより次のような試料の吸入及び注入が可能となる。これらの動作は演算処理装置（CPU）により行う。

① マイクロシリンジ3には試料Aのみを吸入してガスクロマトグラフへ注入する方法（第4図（a））。

② マイクロシリンジ3には溶媒B、空気、試料Aの順に吸入してガスクロマトグラフへ注入する方法。通常の溶剤フラッシュモードである（同図（b））。

③ マイクロシリンジ3には溶媒Bと試料Aの順に吸入してガスクロマトグラフへ注入する溶剤フラッシュモードによる方法（同図（c））。通常、溶剤フラッシュモードは②の如く溶媒と試料との間に空気を入れて分けるのが普通であるが、溶媒Bが粘性の高い溶媒である場合高温状態となると空気が膨張し旨く試料を吸入出来ないことが多い。しかしこの方法によればその

ようなことがなく且つディスクリミネーション等も防止することが出来る。

④ マイクロシリンジ3には溶媒C、空気、溶媒B、空気、試料Aの順に吸入してガスクロマトグラフへ注入する溶VENTフラッシュモードによる方法(同図

(d))。溶媒Bとしては内標或いはリテンションインデックス用パラフィンを入れ、更にきれいな溶媒Cですべてを注入してしまうと溶媒Bによるディスクリミネーションやコンタミネーションも防止することが可能となる。

第5図は前記ターレット2の端に試料バイアルAを、順次溶媒B、廃液C'、溶媒C、廃液D'、溶媒D、廃液E'、溶媒E等のバイアルを並べマイクロシリンジ3の洗浄を繰り返すようにした場合の配置を示す。このようにターレット2には多くのバイアルを並べ自動的に洗浄、試料の吸入と注入を行うようにすることも出来る。

〔考案の効果〕

この考案の溶VENTフラッシュオートサンブラは以上詳述したような構成としたので、試料に応じた適切なガスクロマトグラフによる分析が可能となる。

特に、溶媒と試料或いは溶媒と空気と試料をマイクロシリンジで吸入しガスクロマトグラフに注入する溶ベ

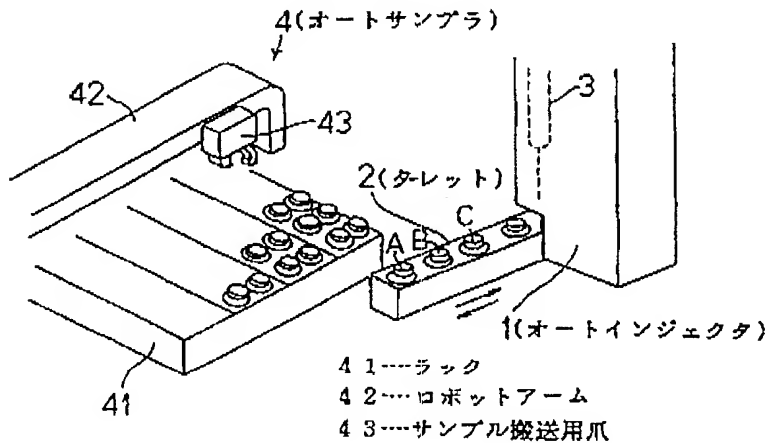
ントフラッシュモードの分析において、試料のディスクリミネーションやコンタミネーションを防止する自動分析が可能となる。

〔図面の簡単な説明〕

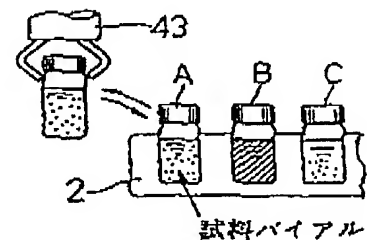
第1図はこの考案の溶VENTフラッシュオートサンブラを構成するオートインジェクタとターレットとマイクロシリンジ及びオートサンブラの斜視図、第2図は前記マイクロシリンジの駆動機構を示す図、第3図は多数の試料バイアルを並べるラックと、ロボットアームとより成るオートサンブラのサンプル搬送用爪により試料バイアルをピックアップしてターレットへ移送したり戻したりする場合の説明図、第4図(a)乃至(d)はガスクロマトグラフへ注入する前のマイクロシリンジによる試料や溶媒の吸入方法についての説明図、第5図はターレットの端に試料バイアルを、順次多数の溶媒用バイアル並べマイクロシリンジの洗浄を繰り返すようにした場合の配置を示す図である。

- 1……オートインジェクタ、2……ターレット
3……マイクロシリンジ、4……オートサンブラ
41……ラック、42……ロボットアーム
43……サンプル搬送用爪

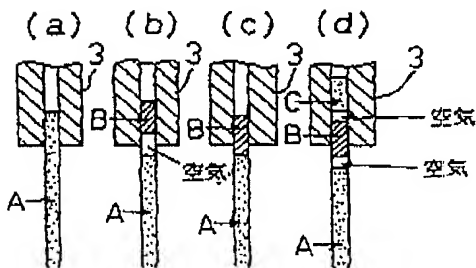
【第1図】



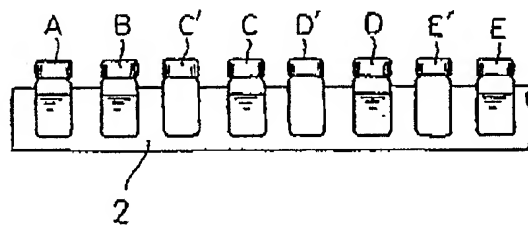
【第3図】



【第4図】



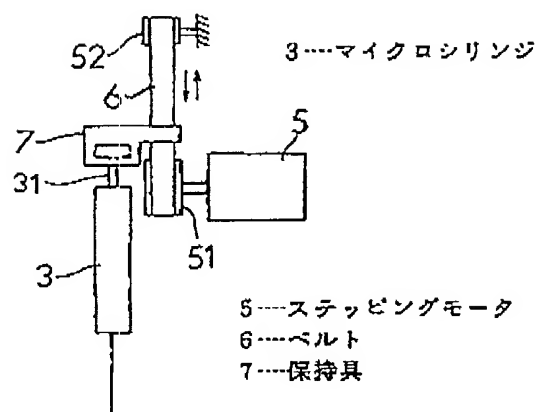
【第5図】



(4)

実公平 8-10797

【第2図】



* NOTICES *

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed explanation of the device]

[Industrial Application]

This device is related with the autosampler which pours a sample into a gas chromatograph, a liquid chromatograph, etc. automatically.

[Description of the Prior Art]

As a sample injection method when sucking up the sample put into the vial bottle by a micro syringe and pouring in to the sample induction of a gas chromatograph, There are a method of pouring in only a sample, and a solvent Frasch process which suck up a little predetermined solvent to a syringe previously, puts in air in between, inhales a fixed sample after that, and is poured into a gas chromatograph. When introducing a sample automatically from the former, make the syringe attaching part which made go, come back to or rotate the turret which set several sample vials to the lower part of an automatic sample injector, and was attached to this automatic sample injector go up and down, and a sample is attracted, After introducing, the method of washing a syringe is taken.

[Problem(s) to be Solved by the Device]

By the method which sucks up only a sample which is described above and washes the syringe after sample introduction, discrimination or contamination is never unavoidable. Although discrimination or contamination could be avoided by the solvent flash plate method described above, when paraffin for the inner mark or retention indexes is used as a solvent, There was a possibility that the solvent might remain and the discrimination or contamination of itself might arise in the needle of a micro syringe. This device is made in order to solve this technical problem.

[The means for solving a technical problem]

Namely, as a means to solve a technical problem described above a solvent flash plate autosampler of this device, A turret which could install an auto injector provided with a micro syringe, and a sample vial and two or more vials for solvents, and made each vial movable to a needle tip of a first half micro syringe by a driving source, An autosampler which comprises a robot arm which performs operation which is provided with a nail for sample conveyance which takes up a sample vial of a rack and this rack which puts many sample vials in order, and arranges a vial for samples, and a solvent vial in a turret in order of extraction, It had micro syringe drive mechanism which inhales a solvent and a sample via air according to character of a solvent continuously.

[Function]

If it is considered as the above-mentioned means, the method of inhaling only the usual sample to a micro syringe and pouring into it to a gas chromatograph or a liquid chromatograph and the conventional method by the usual solvent flash mode which is inhaled in order of a solvent, air, and a sample, and is poured in to a gas chromatograph will become possible.

The method by the solvent flash mode which is inhaled to a micro syringe in order of a solvent and a sample, and is poured into it to a gas chromatograph also becomes possible. Usually, although it is common to put in and divide air between a solvent and a sample as for a solvent flash mode, if it will be in a high temperature state when the viscosity of a solvent is high, air expands and a sample cannot be inhaled well in many cases. However, according to this method, there is no such thing and discrimination etc. can be prevented.

Or according to the above-mentioned means, to a micro syringe, it inhales in order of a solvent, air, another solvent, air, and a sample, and the method by the solvent flash mode poured in to a gas chromatograph also becomes possible. If paraffin for the inner mark or retention indexes is put in as another solvent and all are poured in with the solvent of the beautiful point, it will become possible to also prevent the discrimination and contamination by a solvent, such as an inner mark. Many vials are arranged in a turret and automatic repetition washing, and inhalation and pouring of a sample can be performed.

[Example]

Hereafter, the concrete example of this device is described with reference to drawings.

Drawing 1 is a perspective view of the auto injector 1, the turret 2, the micro syringe 3, and the autosampler 4 which constitutes the solvent flash plate autosampler of this device. Drawing 2 is a figure showing the drive mechanism of said micro RISHINJI 3. That is, although the drive mechanism of the micro syringe 3 is formed in said auto injector 1, this drive mechanism is considered as the composition which fixed the holding fixture 7 to the belt 6 looped around the belt pulley 51 of the motor 5, and the belt pulley 52 attached to the holding part. And the plunger 31 of the micro syringe 3 is fixed to this holding fixture 7, and inhalation and pouring of a sample are performed by driving this plunger 31 with the stepping motor 5.

Sample vial A, the solvent B, the solvent C, etc. are put in order and put on said turret 2, reciprocation moving is carried out like an arrow by a driving source (not shown), and each vial is carried to the needle tip of said micro syringe 3.

The rack 41 with which said autosampler 4 puts many sample vials in order as shown in Drawing 1, It can comprise the robot arm 42, and a sample vial is taken up with the nail 43 for sample conveyance with which this robot arm 42 was equipped, and it can transport to said turret 2, or can return (Drawing 3). As described above, by driving the motor 5, said micro syringe 3 attracts a sample and pours it in to a gas chromatograph or a liquid chromatograph (not shown), but. The penetrant remover of the washing vial put on the account turret 2 of pouring back to front washes the needle of the micro syringe 3, and each solvent for the inner mark or a sample is inhaled further.

Although the solvent flash plate autosampler of this device is constituted as mentioned above, it explains that concrete operation below.

Drawing 4 (a) thru/or (d) is an explanatory view about the inhalation method of the sample by the micro syringe 3 before pouring in to a gas chromatograph (or liquid chromatograph), or a solvent. That is, inhalation and pouring of the following samples are attained by driving said motor 5. An arithmetic processing unit (CPU) performs these operations.

** How to inhale the sample A to the micro syringe 3, and pour in to a gas chromatograph (Drawing 4 (a)).

** How to inhale in order of the solvent B, air, and the sample A to the micro syringe 3, and pour in to a gas chromatograph. It is the usual solvent flash mode (the figure (b)).

** A method by the solvent flash mode which is inhaled in order of the solvent B and the sample A to the micro syringe 3, and is poured in to a gas chromatograph (the figure (c)). Usually, although it is common to put in and divide air between a solvent and a sample like ** as for a solvent flash mode, if it will be in a high temperature state when the solvent B is a viscous high solvent, air expands and a sample cannot be inhaled well in many cases. However, according to this method, there is no such thing and discrimination etc. can be prevented.

** A method by the solvent flash mode which is inhaled to the micro syringe 3 in order of the solvent C, air, the solvent B, air, and the sample A, and is poured in to a gas chromatograph (the figure (d)). If paraffin for the inner mark or retention indexes is put in as the solvent B and all are poured in with the still more beautiful solvent C, it will become possible to also prevent the discrimination and contamination by the solvent B.

Drawing 5 shows the arrangement at the time of putting in order vials, such as the solvent B, waste fluid C', the solvent C, waste fluid D', the solvent D, waste fluid E', and the solvent E, for sample vial A one by one, and making it repeat washing of the micro syringe 3 at the end of said turret 2. Thus, many vials are arranged in the turret 2 and washing, and inhalation and pouring of a sample can be performed

automatically.

[Effect of the Device]

Since the solvent flash plate autosampler of this device had composition which was explained in full detail above, analysis by the suitable gas chromatograph according to a sample is attained.

In analysis of the solvent flash mode which inhales a solvent, a sample, or a solvent, air and a sample by a micro syringe, and is especially poured into a gas chromatograph, the automatic analysis which prevents the discrimination and contamination of a sample is attained.

[Brief Description of the Drawings]

The auto injector, turret and micro syringe from which Drawing 1 constitutes the solvent flash plate autosampler of this device, and the perspective view of an autosampler, The figure in which Drawing 2 shows the drive mechanism of said micro syringe, and the rack with which Drawing 3 puts many sample vials in order, The explanatory view in the case of taking up a sample vial with the nail for sample conveyance of the autosampler which comprises a robot arm, and transporting to a turret, or returning, The explanatory view about the inhalation method of the sample by the micro syringe before pouring in Drawing 4 (a) thru/or (d) to a gas chromatograph, or a solvent, Drawing 5 is a figure showing the arrangement at the time of making it repeat washing of many vial **** micro syringes for solvents for a sample vial successively at the end of a turret.

1 An auto injector, 2 Turret
3 A micro syringe, 4 Autosampler
41 A rack, 42 Robot arm
43 Nail for sample conveyance

[The scope of a claim for utility model registration]

[Claim 1]A solvent flash plate autosampler comprising:

An auto injector provided with a micro syringe.

A turret which could install a sample vial and two or more vials for solvents, and made each vial movable to a needle tip of said micro syringe by a driving source.

An autosampler which comprises a robot arm which performs operation which is provided with a nail for sample conveyance which takes up a sample vial of a rack and this rack which puts many sample vials in order, and arranges a vial for samples, and a solvent vial in a turret in order of extraction.

Micro syringe drive mechanism which inhales a solvent and a sample via air according to character of a solvent continuously.